

YTTRIUM OXIDE MEMBER

Patent number: JP2003055050
Publication date: 2003-02-26
Inventor: OTAKI HIROMICHI; KISHI YUKIO
Applicant: NIHON CERATEC CO LTD; TAIHEIYO CEMENT CORP
Classification:
- international: **C04B35/50; H01L21/3065; H05H1/46; C04B35/50; H01L21/02; H05H1/46;**
(IPC1-7): C04B35/50; H01L21/3065; H05H1/46
- european:
Application number: JP20010248463 20010820
Priority number(s): JP20010248463 20010820

[Report a data error here](#)

Abstract of JP2003055050

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a yttrium oxide member by which reaction products deposited on the surface can sufficiently be removed in a cleaning stage. **SOLUTION:** At least the part to be exposed in a plasma atmosphere consists of yttrium oxide in which, as metallic trace components, the content of Si is controlled, by mass, to ≤ 400 ppm, and Al to ≤ 200 ppm, and having a mean grain diameter of $\leq 200 \mu\text{m}$ and a porosity of $\leq 5\%$.

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号
特開2003-55050
(P2003-55050A)

(43)公開日 平成15年2月26日(2003.2.26)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	FI	テームト*(参考)
C 0 4 B 35/50		C 0 4 B 35/50	5 F 0 0 4
H 0 1 L 21/3065		H 0 5 H 1/46	A
H 0 5 H 1/46		H 0 1 L 21/302	B

審査請求 未請求 請求項の数1 OL (全 4 頁)

(21)出願番号 特願2001-248463(P2001-248463)

(22)出願日 平成13年8月20日(2001.8.20)

(71)出願人 391005824
株式会社日本セラテック
宮城県仙台市泉区明通3丁目5番

(71)出願人 000000240
太平洋セメント株式会社
東京都千代田区西神田三丁目8番1号

(72)発明者 大滝 浩通
宮城県仙台市泉区明通三丁目5番 株式会
社日本セラテック本社工場内

(74)代理人 100099944
弁理士 高山 宏志

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 酸化イットリウム質部材

(57)【要約】

【課題】 表面に付着した反応生成物を洗浄工程で十分に除去可能な酸化イットリウム質部材を提供すること。

【解決手段】 少なくともプラズマ雰囲気曝される部位が、金属微量成分量が質量基準で、Si:400ppm以下、Al:200ppm以下であり、平均粒径が200μm以下、気孔率が5%以下である酸化イットリウムで構成される。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくともプラズマ雰囲気曝される部位が、金属微量成分量が質量基準で、Si：400ppm以下、Al：200ppm以下であり、平均粒径が200μm以下、気孔率が5%以下である酸化イットリウムで構成されることを特徴とする酸化イットリウム質部材。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、半導体製造工程等に好適な、プラズマに対して高耐食性を有する酸化イットリウム質部材に関する。

【0002】

【従来の技術】半導体製造工程においては、ウエハエッチングに代表される化学的腐食性の高い環境下での処理が存在し、このような処理に用いられるベルジャー、チャンバー、サセプター、クランプリング、フォーカスリング等の部材には、石英ガラスや、高純度アルミナ焼結体等のセラミックスが多用されている。そして、最近では、セラミックスの中でも耐食性に優れた酸化イットリウムが検討されている。

【0003】ところで、半導体製造工程で使用される上記部材をこれら石英ガラスやセラミックスで製造する場合には、処理に使用されるプロセスガスとの反応により部材表面に付着物が堆積し、長時間使用するとダストとしてウエハを汚染するため、規定使用時間経過後にこれら部材の表面を洗浄している。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、部材が酸化イットリウム質である場合には、使用時に部材表面に付着した反応生成物が洗浄工程で十分に除去されないという問題がある。

【0005】本発明はかかる事情に鑑みてなされたものであって、表面に付着した反応生成物を洗浄工程で十分に除去可能な酸化イットリウム質部材を提供することを目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、酸化イットリウム質部材に付着した反応生成物が洗浄工程で十分除去されない原因について調査した結果、気孔率、結晶粒径、および微量成分であるAl、Siの量が大きく影響していることを見出した。すなわち、気孔率が大きい場合には、気孔に反応生成物が入り込むばかりか、エッチングされやすくなってエッチングされた部分に反応生成物が強固に付着し、結晶粒径が大きすぎる場合には、洗浄の際に脱粒が発生しやすくなりその後の使用において脱粒部分に反応生成物が強固に付着し、微量成分であるAl、Siの量が多すぎる場合には粒界腐食が生じやすくなり、それに伴う脱粒によって脱粒部分に反応生成物が強固に付着し、いずれの場合にも洗浄工程で反応生

成物が十分に除去されない結果となる。したがって、気孔率、結晶粒径、および微量成分であるAl、Siの量を適切に規定し、反応生成物が強固に付着しないようにすることにより、反応生成物を洗浄工程で十分に除去することが可能となるのである。

【0007】本発明はこのような知見に基づいてなされたものであり、少なくともプラズマ雰囲気曝される部位が、金属微量成分量が質量基準で、Si：400ppm以下、Al：200ppm以下であり、平均粒径が200μm以下、気孔率が5%以下である酸化イットリウムで構成されることを特徴とする酸化イットリウム質部材を提供するものである。

【0008】従来の酸化イットリウム質部材は、このような観点からは気孔率、結晶粒径、および微量成分であるAl、Siの量が考慮されておらず、特に従来酸化イットリウム質部材として多用されている溶射材では気孔率が高い場合が多く十分な洗浄性が得られなかったが、本発明のように規定することにより反応生成物を十分に洗浄除去することが初めて可能となった。

【0009】

【発明の実施の形態】以下、本発明について具体的に説明する。本発明に係る酸化イットリウム質部材は、プラズマ環境下で用いられ、少なくともプラズマ雰囲気曝される部位が、金属微量成分量が質量基準で、Si：400ppm以下、Al：200ppm以下であり、平均粒径が200μm以下、気孔率が5%以下である酸化イットリウムで構成される。

【0010】酸化イットリウムの組織を緻密にするためにはSiO₂、Al₂O₃が有効であり、従来より焼結助剤等としてこれらが添加されることがあるが、Siが400ppmを超え、または、Alが200ppmを超えると、プラズマ環境下での使用時に粒界腐食が発生しやすく、それにともなって脱粒が発生し、その脱粒部分に反応生成物が強固に付着して洗浄除去が困難となる。したがって、本発明では、酸化イットリウム中のSi、Alを、Si：400ppm以下、Al：200ppm以下と極めて微量に規制する。

【0011】セラミックスは一般的に結晶粒径が大きくなると脱粒しやすくなり、本発明の酸化イットリウム質部材においては、平均粒径が200μmを超えると付着物除去のための洗浄時に脱粒が生じやすくなってやはり脱粒部分に反応生成物が強固に付着して洗浄除去が困難となる。したがって、本発明では酸化イットリウムの平均粒径を200μm以下とする。

【0012】酸化イットリウムの気孔率が5%を超えると、気孔に反応生成物が入り込み、加えてエッチングされやすくなってエッチングされた部分に反応生成物が強固に付着し、この場合にも反応生成物の洗浄除去が困難となる。したがって、本発明では酸化イットリウムの気孔率を5%以下とする。

【0013】本発明に係る酸化イットリウム質部材は、全部が酸化イットリウムで構成されていてもよいが、少なくともプラズマ雰囲気曝される部分が酸化イットリウムであれば十分であり、他の部分はその部材に要求される機械的特性を有していれば材質は問わない。また、本発明の部材を構成する酸化イットリウムは、典型的には焼結体であるが、本発明の要件を満たす限り、溶射等の膜構造であっても構わない。

【0014】

【実施例】以下、本発明の実施例について説明する。所定の原料粉末をポリエチレンボット中に、イオン交換水、有機分散剤、有機バインダーおよび鉄芯入りナイロンボールとともに装入し、24時間混合した。得られたスラリーをスプレードライヤーで乾燥し顆粒を作成した。顆粒をCIP成形後、所定温度で焼成して、円盤状の焼結体を作製した。この円盤状焼結体の上面を鏡面研磨し評価用試料とした。

【0015】評価用試料は図1に示すようにチャンバー内にセットし、プラズマガスとして $CF_4 + 20\%O_2$ *

＊をチャンバー内に導入し、イオン衝撃強エネルギー100eVでシリコンウエハとともにプラズマ処理した。プラズマ処理後の試料に対し洗浄処理を行った。洗浄処理では、最初にイオン交換水によるブラシ洗浄を行い、次いで硝酸や塩酸等の酸洗浄を行い、最後に純水リンスを行った。

【0016】プラズマによるエッチング速度は、上記のようにして作製した研磨試料の表面の一部をマスク処理してプラズマ処理を行い、プラズマ処理前後の腐食深さを測定し、プラズマ暴露時間で除することにより算出した。また、洗浄効果の確認は、洗浄品の表面状態を光学顕微鏡で観察することによって行った。焼結体の結晶粒径は、試験片の表面を鏡面研磨加工後、焼成温度 $\times 0.9$ (°C) の温度で30～60分間熱処理し、SEM観察して算出した。焼結体の微量成分の分析は、グロー放電質量分析法(GD/MS)により行った。これらの結果を表1に示す。

【0017】

【表1】

No.	平均粒径 (μm)	微量成分(ppm)		気孔率 (%)	洗浄後の表面		エッチング速度 (nm/min)	備考
		Si	Al		汚れ残り	表面状態		
1	50	10	20	0	無し	良好	2	実施例
2	75	10	10	0.5	無し	良好	3	
3	150	50	10	0	無し	良好	2	
4	120	20	10	4.5	無し	良好	3	
5	100	200	120	3	無し	良好	4	
6	150	20	20	6	やや有り	脱粒発生	3	比較例
7	75	20	10	10	有り	脱粒発生	10	
8	160	500	300	0	有り	クレータ発生	6	
9	250	20	20	1	無し	脱粒発生	3	

【0018】表1に示すように、本発明の範囲内であるNo. 1～5では洗浄後の汚れ残りは認められず、かつ試料表面には洗浄による脱粒は認められなかった。また、エッチング速度も十分に小さいものであった。

【0019】これに対して、気孔率が本発明の範囲外のNo. 6, 7では試料に汚れ残りが認められ、かつ洗浄時に脱粒が発生した。微量成分であるSi, Alが範囲外であるNo. 8は、汚れ残りが認められた。また、これらのうち気孔率が10%のNo. 7と微量成分が多いNo. 8は、エッチング速度も実施例の2～5倍となった。さらに平均粒径が本発明の範囲外であるNo. 9は、汚れ残りは認められなかったが、洗浄時に脱粒が発

生し、洗浄後の使用によって反応生成物が強固に付着することが予想された。

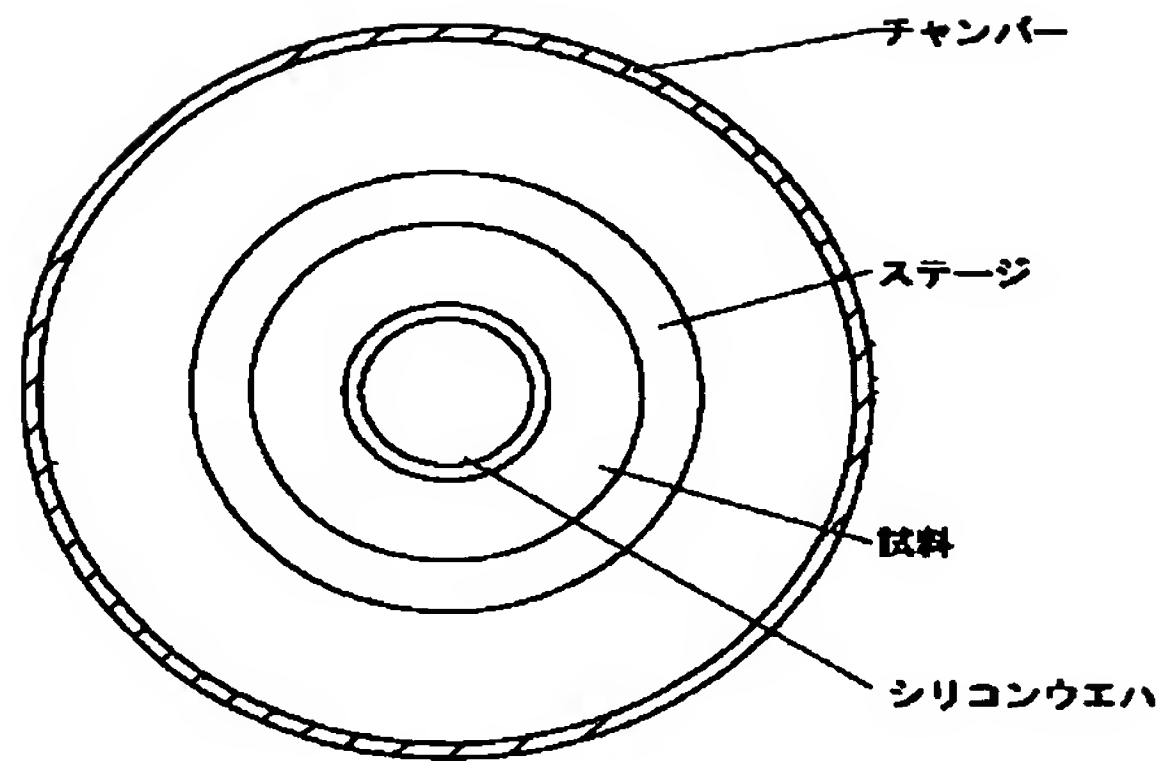
【0020】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、少なくともプラズマ雰囲気曝される部位を構成する酸化イットリウムの気孔率、結晶粒径、および微量成分であるAl, Siの量を規定することにより、表面に付着した反応生成物を洗浄工程で十分に除去することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】実施例における評価用試料をチャンバー内にセットした状態を示す平面図。

【図1】



フロントページの続き

(72)発明者 岸 幸男
宮城県仙台市泉区明通三丁目5番 株式会
社日本セラテック本社工場内

Fターム(参考) 5F004 AA15 AA16 BB29 DA01 DA26